

(19) BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

(17) **Patentschrift**  
(10) **DE 31 42 518 C2**

(51) Int. Cl. 5:

**B01D 3/34**

C 12 F 1/04

**DE 31 42 518 C2**

(21) Aktenzeichen: P 31 42 518.6-44  
(22) Anmeldetag: 27. 10. 81  
(43) Offenlegungstag: 5. 5. 83  
(45) Veröffentlichungstag der Patenterteilung: 1. 10. 92

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

(73) Patentinhaber:

Hüls AG, 4370 Marl, DE

(72) Erfinder:

Sommer, August, Dipl.-Chem. Dr.; Heitmann, Wilhelm, Dipl.-Chem. Dr, 4690 Herne, DE; Wozny, Norbert, Ing.(grad.), 4370 Marl, DE; Brücker, Rainer, Dipl.-Chem. Dr., 4620 Castrop-Rauxel, DE

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

DE-AS 10 10 057  
DE-OS 22 48 841  
US 28 28 249  
US 21 94 851  
US 18 22 454  
EP 00 11 147 A1

Chem.-Ing.-Tech., 53, Nr. 1, 1981, S. 47-50;  
Derwent CPI-Referat 44383V/24;

(54) Destillationsverfahren zur Herstellung von entwässertem Ethanol

**DE 31 42 518 C2**

## Beschreibung

Das Verfahren betrifft ein Destillationssystem, in dem auf besonders energiesparende Weise aus Rohethanol ein wasserfreies Ethanol technischer Qualität gewonnen werden kann, das als Kraftstoffkomponente für Fahrzeugbenzin verwendet werden kann. Eine Variante des Verfahrens besteht darin, daß lediglich ein Teil des auf diese Weise erzeugten Ethanols nur als Kraftstoffkomponente geeignet ist, während der überwiegende Teil zwar auch als Kraftstoffkomponente verwendet werden kann, wegen seiner hohen Reinheit aber sehr wohl auch für andere Verwendungszwecke offen steht.

Als Rohstoff für dieses Verfahren kann grundsätzlich jeder wäßrige Rohalkohol verwendet werden, ganz gleich, ob er synthetisch aus Ethylen und Wasser, durch Gärung von Zucker- oder stärkehaltigen Rohstoffen oder aus Holz durch Verzuckerung oder Verwertung der Sulfatblaugen entstanden ist.

In den nachfolgenden Beispielen wird das synthetische Ethanol weniger stark berücksichtigt, obwohl wegen der höheren Ethanol-Konzentration in der Synthesemaische (13% gegenüber 8,5% in der Gärungsmaische) weniger Energie zur Abtrennung des Wassers benötigt wird. Die überwiegende praktische Bedeutung für den Einsatz vom Ethanol in den Kraftstoffsektor wird bei der Verwendung land- und forstwirtschaftlicher Rohstoffe liegen, da ein wesentlicher Vorzug des Einsatzes von Ethanol als Kraftstoffkomponente neben der Verbesserung der Klopffestigkeit in der Einbeziehung regenerativer Rohstoffquellen liegt. Die Problematik dieses Einsatzes von Gärungalkohol aus land- und forstwirtschaftlichen Rohstoffen liegt jedoch darin, daß bei Aufarbeitung nach konventionellen Verfahren mehr Energie in Form von fossiler oder nachwachsender Primärenergie benötigt wird, als der Energieinhalt des Ethanols ausmacht. Es ist also bei der Gewinnung von Gärungalkohol zum Zwecke des Einsatzes als Kraftstoffkomponente von besonderer Bedeutung, energiesparend zu arbeiten, um noch zu einer positiven Energiebilanz zu kommen, die dem ganzen Verfahren erst einen Sinn gibt.

Es ist aus der DE-PS 22 48 841 bekannt, den in vielen physikalischen, chemischen und treibstofftechnischen Eigenschaften dem Ethanol ähnlichen Isopropylalkohol aus der synthetischen Herstellung aus Propylen und Wasser in einer Zweikolonnen-Destillation für Kraftstoff-Qualität vom Wasser zu befreien und in einer technischen Qualität anfallen zu lassen, wobei die Nebenprodukte der Synthese im wesentlichen nicht abgetrennt werden. Als Schleppmittel bei der Entwässerung dient dabei der in der Synthese als Nebenprodukt entstehende Diisopropylether, der sich zunächst in der Entwässerungskolonne aufbaut, beim laufenden Betrieb mit dem erzeugten wasserfreien Isopropylalkohol im Verhältnis seiner Entstehung abgegeben wird.

Die Abtrennung des Wassers aus der wäßrigen Schicht des Dekanteurs für das Kopfprodukt der Entwässerungskolonne erfolgt in der Rektifizierkolonne, die unter höherem Druck als die Entwässerungskolonne betrieben wird, so daß der Wärmeinhalt der Brüden der Rektifizierkolonne dazu benutzt werden kann, die Entwässerungskolonne zu beheizen.

An sich liegt es nahe, dieses Verfahren auf Ethanol zu übertragen. Jedoch bildet im Gegensatz zu Diisopropylether, der mit Isopropylalkohol und Wasser ein ternäres Azeotrop mit dem Siedepunkt 62°C und der Zusammensetzung 4,5% Wasser, 4,5% Isopropylalkohol, 91%

Ether bildet, Diethylether mit Ethanol und Wasser kein ternäres Azeotrop; das in Gegenwart von Diethylether bei Normaldruck am niedrigsten siedende binäre Azeotrop besteht aus 1,3% Wasser und 98,7% Ether und hat einen Siedepunkt von 34,15°C, das sich nicht in zwei Schichten trennt.

Dadurch ist eine Abtrennung von Wasser und Rückführung eines Rücklaufes mit unter azeotroper Zusammensetzung nicht möglich.

Theoretisch wäre es möglich, durch Anwendung von höherem als atmosphärischem Druck in der Entwässerungskolonne das Wasser mit Diethylether über Kopf abzutrennen, da mit steigendem Druck die binären Azeotrope von Diethylether und Wasser mehr Wasser enthalten, so daß schließlich eine Trennung in zwei Phasen erfolgt. Jedoch ist die besonders energiesparende Destillation bis zum wasserfreien Ethanol nur möglich, wenn die Brüden der Rektifizierkolonne zur Beheizung der Entwässerungskolonne ausgenutzt werden können, was ein bestimmtes Druckgefälle zwischen diesen beiden Kolonnen voraussetzt. Die Druckdifferenz muß so gewählt werden, daß die Siedetemperatur der Alkoholbrüden der ersten Kolonne mindestens 6° höher liegt als die Sumpftemperatur der zweiten Kolonne, da sonst die Aufkocher der zweiten Kolonne unwirtschaftlich groß dimensioniert werden müssen, oder daß eine Wärmenutzung gar nicht mehr möglich ist, wenn die Sumpftemperatur der zweiten Kolonne höher ist als die Siedetemperatur der Alkoholbrüden.

Ein weiterer Nachteil des Schleppmittels Diethylether zum Entwässern von Ethanol ist die Tatsache, daß bei der Herstellung von Ethanol durch Gärung von Kohlehydraten kein Ether als Nebenprodukt anfällt. Wie bereits ausgeführt, wird jedoch die größte Bedeutung beim Einsatz als Kraftstoffkomponente dem durch Gärung erzeugten Ethanol — und nicht dem synthetisch aus Ethylen erzeugten — zufallen.

Die technische Entwicklung zur möglichst energiesparenden Gewinnung von wasserfreiem, sonst jedoch nicht besonders fein gereinigtem Ethanol ist daher andere Wege als die der Verwendung von Diethylether als Schleppmittel gegangen. So berichtet K. Misselhorn in Chemie-Ingenieur-Technik 53 (1981), Seite 49, von einem Dampfverbrauch von 2,5 kg/l Ethanol entsprechend 3,2 kg Dampf/kg Ethanol bis zur Entwässerung bei Betrieb der Rektifizierkolonne unter Druck und Ausnutzung der Brüdenwärme in der Entwässerungskolonne und der Schleppmittel-Wiedergewinnungskolonne.

Das gleiche Prinzip wird auch bei der speziell auf Ethanol für Kraftstoffeinsatz abgehobenen europäischen Patentanmeldung 00 11 147 angewendet, durch einen recht umfangreichen Wärmetausch an allen drei Kolonnen wird hier bei Ausgang von 8,5%igem Gärungalkohol ein spezifischer Verbrauch von 2,06 kg/l Ethanol entsprechend 2,6 kg Dampf/kg Ethanol bis zum wasserfreien Alkohol mitgeteilt.

Auf eine Alkohol-Feinreinigung, die eine andere Einsatzmöglichkeit als im Kraftstoffsektor offen ließe, wird weitgehend verzichtet. Allerdings werden sich zwischen Speisung und Produktabzug aufbauende höhere Alkohole abgezogen, nach Kühlung mit Wasser extrahiert und nach dem Abscheiden als organische Phase der Kraftstoffkomponente zugegeben, während aus dem zusätzlich eingebrachten Wasser der Alkohol in der ersten Kolonne mit entsprechendem Einsatz von Energie zurückgewonnen wird.

Außerdem wird der azeotrop siedende Alkohol (als

Konzentration werden 95 Vol.-% angegeben) nicht aus dem Kopf der Rektifizierkolonne abgezogen, sondern etwa am 50. von 60 Böden als Flüssigkeit. Zur Ausschleusung von leicht siedenden Verunreinigungen (namentlich genannt wird Acetaldehyd) wird ein Teil der Kopfbrüden der Rektifizierkolonne nicht als Rückfluß auf die Kolonne gegeben, sondern mit 95 Vol.-% Ethanol direkt dem wasserfreien Kraftstoffalkohol zugegeben. Dies ist möglich, da die angewendete Benzol-Entwässerung mühevlos als Sumpfprodukt einen Alkohol mit weniger als 0,1% Wasser liefert, 0,5% Wasser jedoch bei der Kraftstoffzumischung zu tolerieren sind.

Ohne daß dies ausgesprochen wird, liegt dem bekannten Verfahren offensichtlich die Überlegung zugrunde, daß, da eine Einspeisung des azeotrop siedenden Alkohols mit seinen niedriger als Ethanol siedenden Verunreinigungen in die Entwässerungskolonne zu deren Anreicherung im Kopf dieser Kolonne führt, so daß, da es sich im wesentlichen um hydrophile Stoffe, wie Acetaldehyd und Methanol handelt, schließlich eine Trennung in zwei Phasen nicht mehr erfolgt, eine Ausschleusung dieser Leichtsieder erforderlich sei. Durch die dort vorgeschlagene Maßnahme kann aber nur ein Teil der leichtsiedenden Verunreinigungen abgetrennt und damit der Entwässerungskolonne ferngehalten werden, und zwar entsprechend dem gewählten Rücklaufverhältnis, so daß kontinuierlich oder diskontinuierlich ein Teil des Kopfproduktes in einer weiteren in der europäischen Patentanmeldung 00 11 147 nicht dargestellten Kolonne aufgearbeitet werden muß.

Sind Rohalkohole aus der alkoholischen Gärung mit höheren Gehalten an niedrigsiedenden Verunreinigungen aufzuarbeiten, z. B. auf Basis Sulfitablaugen oder Holzverzuckerung mit bis zu 3% Methanol, so erfordert die Methanolabtrennung einen erheblichen apparativen und energetischen zusätzlichen Aufwand.

Es wurde überraschenderweise gefunden, daß sich jeglicher Aufbau von Nebenprodukten im Kopf der Entwässerungskolonne vermeiden läßt, wenn die Trennung von Schleppmittel und Wasser an der gleichen Stelle erfolgt, wo auch eine Anreicherung der leichtsiedenden Verunreinigungen vom Ethanol erfolgt, nämlich am Kopf der Rektifizierkolonne. Damit reduziert sich der Gesamtbedarf an Destillationskolonnen für die Herstellung von Kraftstoff-Ethanol mit nicht mehr als 0,5% Wasser auf zwei.

Gegenstand der Erfindung ist daher ein Destillationsverfahren zur Herstellung von entwässertem Ethanol aus verdünnten wäßrigen Lösungen, erhalten durch alkoholische Gärung aus kohlehydrathaltigen Rohstoffen oder durch Hydratisierung von Ethylen, wobei das entwässerte Ethanol sowohl als Kraftstoffzusatz als auch für andere technische Einsatzgebiete geeignet ist, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß die Destillation in einem Zweikolumnensystem durchgeführt wird, wobei die erste Kolonne zur Rektifizierung unter einem Sumpfdruck von 0,2 bis 0,8 MPa und einer mindestens 6°C höheren Temperatur der Brüden als der Sumpftemperatur der zweiten Kolonne entspricht, betrieben wird, die zweite Kolonne mit einem Kopfdruck von 0,05 bis 0,2 MPa zur Entwässerung ausschließlich mit den Brüden der ersten Kolonne beheizt wird, in der ersten Kolonne die Aufkonzentrierung des verdünnten wäßrigen Ethans auf eine Ethanolkonzentration von 85 bis 92 Gew.-%, die Abtrennung höher als Ethanol siedender Verunreinigungen oberhalb der Einspeisung des verdünnten Rohalkohols und unterhalb des Brüdenabzugs erfolgt, die Rückgewinnung des Ethans aus der

unteren Schicht des kondensierten Kopfproduktes der zweiten Kolonne, sowie die Abtrennung von niedriger als Ethanol siedenden Verunreinigungen und Schleppmittel am Kopf der ersten Kolonne erfolgt, in der zweiten Kolonne die Entwässerung mittels Benzinfractionen mit einem Siedebereich von 80° bis 200°C oder mit den reinen Komponenten Benzol, Cyclohexan oder Heptan als Schleppmittel unter Abtrennung der wäßrigen Phase als Kopfprodukt erfolgt, der größte Teil oder die Gesamtheit der Brüden aus der ersten Kolonne aus einer Zone oberhalb des Seitenabzuges für höhersiedende Verunreinigungen und mehrere Böden unterhalb des Kopfabzuges in den Aufkocher der zweiten Kolonne abgezogen und dort zu einer wesentlichen Teil kondensiert werden, wobei der nicht kondensierte Anteil in die erste Kolonne einen Boden oberhalb des Brüdenabzugsbodens zurückgeführt wird, während ein Teil des Kondensates auf die erste Kolonne zum Abzugsboden zurückgeführt wird und der andere Teil auf die zweite Kolonne in den oberen Teil eingespeist wird, die Brüden vom Kopf der ersten Kolonne in einem Kondensator kondensiert werden, ein Teil dieser Brüden als Rückfluß auf den Kopf dieser Kolonne gegeben wird, während der Rest, der niedriger als Ethanol siedende Verunreinigungen und Schleppmittel aus der zweiten Kolonne enthält, abgezogen wird, nach der Kondensation der Kopfdämpfe der zweiten Kolonne nur die entsprechende Menge an Flüssigkeit über eine Trenneinrichtung gefahren wird, um die mit der Speisung in die zweite Kolonne eingebrachte Wassermenge ausschleusen zu können, während weiteres Kondensat direkt als Rücklauf auf die zweite Kolonne gegeben wird und die Rückführung der wäßrigen Phase aus der Trenneinrichtung der zweiten Kolonne oberhalb der Einspeisung des Rohalkohols, aber unterhalb des Seitenabzuges der höher als Ethanol siedenden Verunreinigungen erfolgt, und die Vorwärmung des in die erste Kolonne eingespeisten Rohalkohols auf die Temperatur des Einlaufbodens durch Wärmetausch mit dem aus dem Sumpf dieser Kolonne abgezogenen Wassers erfolgt.

Wenn als Schleppmittel ein Kohlenwasserstoff eingesetzt wird, der ohnehin als Kraftstoffkomponente vorgesehen ist, werden mit dem Schleppmittel aus der organischen Schicht des Kopfproduktes der Rektifizierkolonne auch die leichtsiedenden Verunreinigungen des Ethans abgezogen. Dieses Produkt kann dann dem Kraftstoff-Ethanol aus dem Sumpf der Entwässerungskolonne ohne weitere Behandlung zugemischt werden. Die minimale Zumischung von Ethanol aus der Entwässerungskolonne ist durch den Wassergehalt der organischen Phase des Kopfproduktes der Rektifizierkolonne bestimmt, der wiederum vom jeweils verwendeten Schleppmittel abhängig ist. In der Regel wird nur ein kleiner Teil des Sumpfproduktes der Entwässerungskolonne auf diese Weise zweckgebunden als Kraftstoffzusatz gebraucht, der größere Teil steht als hochreiner wasserfreier Alkohol allen Verwendungszwecken offen.

Um eine wirtschaftlich optimale Fahrweise des Destillationsverfahrens zur Erzielung von entwässertem Ethanol zu erzielen, wird die Rektifizierkolonne unter einem solchen Druck betrieben, daß die aufgestärkten Ethanol dampfe, die zum Aufkocher der Entwässerungskolonne geleitet werden, dort so weit kondensiert werden, daß noch ein für die Abtrennung der Niedrigsieder ausreichender Anteil unkondensiert in die Rektifizierkolonne einen Boden oberhalb des Abzugsbodens der Brüden für die Beheizung der Entwässerungskolonne zurückgeführt wird, während das im Aufkocher anfall-

lende kondensierte Produkt teils in die Entwässerungskolonne, teils auf den Abzugsboden der Rektifizierkolonne gespeist wird.

Der obere Teil der Rektifizierkolonne wird bei einem niedrigeren Druck als im unteren Teil betrieben, wobei der Unterschied mindestens dem Druckverlust der Brüden in den Leitungen von und zur Rektifizierkolonne und im Aufkocher der Entwässerungskolonne entspricht. Vorzugsweise wird das Oberteil bei nahezu atmosphärischem Druck betrieben, wobei die nicht am Kopf der Kolonne abgezogene Menge, die als Rücklauf auf die Kolonne zurückgeführt wird, mit einer Pumpe in den Kolonnenteil mit dem höheren Druck zurückgeführt wird, wenn der hydrostatische Druck nicht ausreicht.

Bei der Reduzierung der Destillationskolonnen auf zwei war auch eine andere Optimierung der Wärmeverwertung als in dem recht komplizierten System gemäß der europäischen Patentanmeldung 00 11 147 vorzusehen. Wie dort bereits ausgeführt, ist der Energiebedarf an der Rektifizierkolonne größer als an der Entwässerungskolonne, wenn versucht wird, in der Rektifizierkolonne bereits möglichst nahe an die azeotrop siedende Zusammensetzung heranzukommen. Bei Verlagerung der Aufgabe der Trennung von Schleppmittel und Wasser aus der unteren Schicht des Dekanteurs für das Kopfprodukt der Entwässerungskolonne auf die Rektifizierkolonne wird dieses Ungleichgewicht noch größer, da die Wiedergewinnungskolonne nicht mehr als Energie-Aufnehmer zur Verfügung steht und ihre Energie zusätzlich in den Brüden der Rektifizierkolonne ansteht.

Dieses Gleichgewicht zwischen Energieinhalt der Brüden der Rektifizierkolonne und dem Bedarf der Entwässerungskolonne wird wieder hergestellt, wenn darauf verzichtet wird, als Produktabzug der Rektifizierkolonne möglichst ein azeotrop siedendes Gemisch zu erhalten, sondern wenn die Dampfzugabe zur Rektifizierkolonne nur durch den vollständigen Ethanol-Abtrieb aus dem Sumpf bestimmt wird. Da bekannt ist, daß die Abtriebsenergie mit fallender Ethanolkonzentration stark zunimmt, muß vermieden werden, zusätzlich Wasser in den Destillationsprozeß einzubringen, wie es z. B. gemäß der europäischen Patentanmeldung 00 11 147 im Fuselölwascher geschieht. Ferner muß die Vorwärmung des in die Rektifizierkolonne eingespeisten wäßrigen Rohalkohols möglichst exakt auf die Siedetemperatur am Einlaufboden erfolgen, damit keine Entspannungsverdampfung und Abnahme der Ethanolkonzentration der Flüssigkeit erfolgt, was eine Erhöhung der Abtriebsarbeit bedeuten würde. Bei einer Gärungsmaische mit zum Beispiel 8,5 Gew.-% Ethanol beträgt die Abtriebsarbeit 1,8 kg Dampf pro kg Ethanol (1,4 kg Dampf/l Ethanol), dabei wird ein 91gew.-%iger Alkohol dampfför mig am 50. Boden abgezogen, der Rückfluß ist die 2,3-fache Menge der Speisung zur Entwässerungskolonne.

Bei dem immer noch hohen Wärmeinhalt der Brüden läßt sich der höhere Wassergehalt über Kopf der Entwässerungskolonne abtrennen. Neben dem besonders niedrigen Dampfbedarf liegt der Vorteil der hier gewählten Verfahrensweise in der erheblichen Einsparung von apparativem Aufwand für eine Kolonne und mehrere Wärmeaustauscher im Vergleich zur europäischen Patentanmeldung 00 11 147.

Weiterhin sind folgende Maßnahmen für das erfundsgemäße Verfahren von Vorteil: Die Aufkonzentrierung des Ethans in der ersten Kolonne erfolgt auf eine Konzentration von

85–92 Gew.-%, der Kolonnensumpf wird bei einem Druck von 0,2–0,8 MPa betrieben. Die Speisung mit wäßrigem Rohalkohol erfolgt in den unteren Bereich der ersten Kolonne auf die Böden 12–20, wobei bei niedriger Konzentration die höheren Böden gewählt werden. Es ist angebracht den eingespeisten Rohalkohol auf die Temperatur des Einlaufbodens durch Wärmetausch mit dem aus dem Sumpf dieser Kolonne abgezogenem Wasser zu bringen. Die sich in der ersten Kolonne anreichernden, höher als Ethanol siedenden Verunreinigungen werden einige Böden oberhalb der Rohalkoholeinspeisung abgezogen und dem Kraftstoff zugesetzt. Werden bei diesem Hochsiederabzug zwei flüssige Phasen gebildet, so wird nur die obere, organische Phase abgezogen, während die untere, wäßrige Phase einen oder mehrere Böden tiefer in die Kolonne zurückgeführt wird. Zur Verminderung des Wassergehaltes des Hochsiederabzugs kann eine Extraktion mit Kraftstoff oder einer Komponente des Kraftstoffes, dem das Ethanol gegebenenfalls zugesetzt werden soll, erfolgen. Hierbei wird nur die organische Phase abgezogen, die wäßrige wird auf den Abzugsboden bzw. tiefer, aber unter der Einspeisungsstelle des wäßrigen Rohalkohols zurückgeführt.

Die Brüden aus der ersten Kolonne wurden oberhalb des Hochsiederabzugs aber unterhalb des Kopfabzuges abgezogen und teilweise oder ganz in den Aufkocher der zweiten Kolonne, um diese zu beheizen, überführt und dort zu einem wesentlichen Teil kondensiert, wobei der nichtkondensierte Teil in die erste Kolonne einen Boden oberhalb des Brüdenabzuges rückgeführt wird, während das Kondensat teilweise auf die erste Kolonne zum Brüdenabzugsboden, teilweise in den oberen Teil der zweiten Kolonne gefahren wird. Das Oberteil der ersten Kolonne oberhalb des Brüdenabzugs zur Beheizung der zweiten Kolonne wird bei einem niedrigeren Druck als das Unterteil betrieben und zwar mindestens um den Betrag, der als Druckverlust in den Leitungen von der ersten Kolonne zum Aufkocher, im Aufkocher selbst, in den erforderlichen Meß- und Regeleinrichtungen und in den Leitungen zur ersten Kolonne entsteht.

Die Brüden der ersten Kolonne, die außer Ethanol die niedriger als Ethanol siedenden Verunreinigungen und einen Teil des Schleppmittels enthalten werden kondensiert.

Ein Teil des Kondensates geht als Rückfluß auf die erste Kolonne zurück, der Rest, wird abgezogen und so dem Kraftstoff zugefügt. Bilden sich dabei zwei flüssige Phasen, so wird die wäßrige Phase vollständig rückgeführt, während ein Teil der organischen Phase als Rückfluß zurückgegeben und der andere Teil abgezogen und dem Kraftstoff zugesetzt wird.

Die zweite Kolonne wird bei einem Kopfdruck von 0,05–0,2 MPa, vorzugsweise Atmosphärendruck, betrieben. Nach Kondensation der Kopfdämpfe der zweiten Kolonne wird nur die Menge über die Trennvorrichtung – die zweckmäßig im Oberteil der Kolonne angeordnet sein kann – gefahren, die erforderlich ist, um das mit der Speisung eingebrachte Wasser auszuschleusen. Die wäßrige Phase aus der Trenneinrichtung der zweiten Kolonne wird auf die erste Kolonne oberhalb der Rohalkoholeinspeisung, aber unterhalb des Hochsiederabzugs rückgeführt. Als Schleppmittel für die Entwässerung dienen Rohölschnitte bzw. Benzinschnitte im Siedebereich 80–200°C oder die reinen Komponenten Benzol, Cyclohexan oder Heptan.

Im einzelnen soll der Verfahrensablauf im folgenden geschildert werden, zur Veranschaulichung dient die

beigefügte Zeichnung.

Die Maische aus Gärung oder Synthese (Leitung 1) wird im Wärmeaustauscher (2) im Gegenstrom zum Sumpfprodukt (Leitung 3) der Rektifizierkolonne (4) auf die Temperatur des Speisungsbodens in der Rektifizierkolonne (4) vorgewärmt und diesem zugeführt. Die Rektifizierkolonne (4) wird über den Umlaufverdampfer (5) mit Dampf (6) beheizt. Wenn die Kolonne bei einem Sumpfdruck von 0,5 MPa betrieben wird, ist ein Sattdampf von 0,8 MPa mit 170°C zur Beaufschlagung des Umlaufverdampfers (5) sinnvoll. Die Dampfmenge richtet sich nach dem Bedarf für den Abtrieb, das heißt zur Erzielung eines alkoholfreien Sumpfproduktes (3). Bei Einsatz einer Gärungsmaische mit 8,5 Gew.-% Ethanol liegt dieser bei 1,8 kg Dampf pro kg Ethanol.

Die Hauptmenge der Dämpfe wird über Leitung (7) von einem oberen Boden abgezogen und dem Umlaufverdampfer (8) der Entwässerungskolonne (9) zugeführt. Die Energiezufuhr zu dieser Kolonne die im Kopf zur Atmosphäre entlüftet wird durch Kondensatstandhaltung im Umlaufverdampfer (8) geregelt. Der nicht kondensierte Anteil der Dämpfe wird über Leitung (10) der Rektifizierkolonne (4) einem Boden über dem Dämpfeabzugsboden zugeführt. Zusammen mit den nicht abgezogenen Dämpfen des Dämpfeabzugsbodens wird damit dem Oberteil der Rektifizierkolonne (4) die erforderliche Energie zugeführt. Zweckmäßig ist, die gesamten Brüden über den Umlaufverdampfer (8) zu fahren, da hier während der Kondensation der Hauptmenge eine zusätzliche Anreicherung der Niedrigsieder stattfindet. Das Kondensat des Umlaufverdampfers (8) dient teilweise als Speisung über Leitung (11) für die Entwässerungskolonne (9), teilweise wird es auf den Dämpfeabzugsboden der Rektifizierkolonne (4) über Leitung (12) gegeben. Da ein Druckgefälle zur Entlüftung des Umlaufverdampfers (8) zwischen Unter- und Oberteil der Rektifizierkolonne (4) bestehen muß, wird der Flüssigkeitsablauf des Kolonnenoberteils zum Kolonnenunterteil mit Hilfe einer Pumpe gefördert.

In der Zone oberhalb der Rohalkoholeinspeisung sich anreichernde, höher als Ethanol siedende Verunreinigungen werden über Leitung (13) einer Trenneinrichtung (15) zugeführt, die spezifisch leichtere organische Phase wird über Leitung (17) abgezogen, während die wäßrige Phase über Leitung (18) einen oder mehrere Böden unterhalb des Abzugsbodens, allerdings oberhalb des Einlaufes der Maische in die Rektifizierkolonne zurückkehrt. Sollte eine Trennung in zwei Phasen in (15) nicht erfolgen oder sollte der Wassergehalt der organischen Phase gesenkt werden, so wird statt in einer Dekantation in einer Gegenstromextraktion — es können alle in der Technik üblichen Methoden eingesetzt werden — über Leitung (16) das Extraktionsmittel — Verwendung findet dafür der Kraftstoff, dem später Ethanol zugesetzt werden soll — zu dem via Leitung (13) abgezogenem Produkt im Gegenstrom geführt. Die mit den Höhersiedern angereicherte organische Phase wird über Leitung (17) nach Kühlung in (14) dem Kraftstoff zugesetzt, während die wäßrige Phase über Leitung (18) in die Rektifizierkolonne (4) zurückgeführt wird, und zwar einen oder mehrere Böden unterhalb des Abzugsbodens, aber oberhalb des Speisebodens der Maische.

Die Entwässerungskolonne (9) liefert als Sumpfprodukt einen reinen, wasserfreien Alkohol (unter 0,1% Wasser), der über Leitung (19) abgezogen wird und ganz oder teilweise als Kraftstoffbemischung verwendet wird.

Als Schleppmittel für die Entwässerungskolonne (9)

wird über Leitung (20) in jedem Fall ein Kohlenwasserstoff eingesetzt, der als Kraftstoffkomponente geeignet ist. Je nach dem, ob die Gesamtmenge des erzeugten Ethanols nur als Kraftstoffzusatz Verwendung finden soll oder aber neben Kraftstoff-Ethanol auch hochreiner wasserfreier Alkohol abgegeben werden soll, wird man als Schleppmittel entweder eine Benzinfraktion (Siedeschnitt 80 – 200°C.) oder eine Reinsubstanz (Cyclohexan; Benzöl oder n-Heptan) einsetzen.

10 Die Kopfbrüden der Entwässerungskolonne (9) werden im Kondensator (21) (Luft- oder Wasserkühler) kondensiert und über Leitung (22) dem Kopfdekantator (23) der Entwässerungskolonne (9) zugeführt, der außerhalb der Kolonne aufgestellt oder auch zweckmäßig im

15 Inneren der Kolonne angebracht sein kann. Zur Aufrechterhaltung des Wasserhaushaltes im Oberteil der Kolonne — d. h. es muß sich möglichst nur ternäres Kohlenwasserstoff-Ethanol-Wasser-Azeotrop und möglichst wenig binäres Kohlenwasserstoff-Ethanol-Azeotrop ausbilden — wird ein entsprechender Anteil des Kondensates aus (21) am Dekantator (23) vorbeigefahren und direkt als Rücklauf auf die Kolonne (9) gegeben.

20 Die organische Phase aus (23) läuft als Rückfluß auf die Kolonne zurück, die wäßrige Phase wird über Leitung (24) einem Boden zwischen Rohproduktspeisung und Seitenabzug der Höhensieder in die Rektifizierkolonne (4) geführt, wo die Trennung in Wasser, das über den Sumpf (3) der Kolonne ausgeschleust wird, Ethanol mit Restwasser und Schleppmittel erfolgt.

25 Im Kopf der Rektifizierkolonne (4) findet sich das Schleppmittel als ternäres Azeotrop mit Ethanol und Wasser wieder, außerdem reichern sich dort alle niedrigsiedenden Verunreinigungen des Ethanols an, ob sie nun Azeotrope bilden oder nicht (z. B. Acetaldehyd, Methanol, Kohlenwasserstoffe; bei Synthese-Rohstoff: Diethylether). Nach Kondensation im Kondensator (25) (vorzugsweise Wasserkühlung wegen der teilweise besonders niedrigen Siedepunkte der Verunreinigungen)

30 wird das Kopfprodukt dem Dekantator (26) zugeführt. Ein Teil der organischen Phase wird über Leitung (27) abgezogen und nach Kühlung dem Kraftstoff zugesetzt, während der Rest der organischen Phase zusammen mit der wäßrigen Phase als Rücklauf auf den Kopf der Kolonne über Leitung (28) gegeben wird.

35 Über diese organische Phase (Leitung 27) wird die gesamte Schleppmittelmenge ausgeschleust, die entsprechend der über die Entwässerung auszuschleusenden Wassermenge in der wäßrigen Phase (24) des Dekantators (23) der Entwässerungskolonne (9) enthalten ist. Sie gelangt mit einer kleinen Menge Ethanol und den niedrigsiedenden Verunreinigungen des Rohalkohols sowie einem Restwassergehalt in den Kraftstoff und muß laufend durch frisches Schleppmittel (20) ersetzt werden.

40 Die Mindestmenge des Sumpfproduktes (19) der Entwässerungskolonne (9) zur Abmischung für den Kraftstoffzusatz richtet sich nach Menge und Zusammensetzung des Zwangsanfalls an unreinen Fraktionen aus dem Dekantator des Seitenabzuges (17) und des Kopfproduktes (27) der Rektifizierkolonne (4). Zweckgebunden für den Einsatz als Kraftstoffkomponente aus dem Sumpfprodukt (19) der Entwässerungskolonne (9) ist die Menge, die den Wassergehalt in der Gesamtmasse auf 0,5% des Ethanolgehaltes bringt.

45 Für die Destillation werden die in der Technik üblichen Apparate, Einrichtungen und Werkstoffe verwendet. Für den Abtriebsteil der ersten Kolonne werden die

Böden so gewählt, daß durch entsprechende Strömungsführung und Dampfdurchtritt durch die Flüssigkeit ein maximaler Selbstreinigungseffekt erzielt wird. Der Umlaufverdampfer (5) wird zweckmäßigerweise als Zwangsumlaufverdampfer ausgebildet, um durch entsprechende Strömungsgeschwindigkeit ein Belegen der Rohre und damit Verschlechterung des Wärmedurchgangs zu verhindern.

Wegen der für den Kraftstoffsektor erforderlichen großen Menge werden im allgemeinen Bödenkolonnen und nur ausnahmsweise Füllkörper-Kolonnen o. ä. Einsatz finden. Bei der Bödenauslegung wird man besonderes Augenmerk richten auf niedrigen Druckverlust, damit der Sumpfdruck in der ersten Kolonne möglichst niedrig gefahren werden kann.

Das Verfahren soll an Hand von 4 Beispielen erläutert werden, wobei damit natürlich nicht die gesamte Breite der Anwendung und alle Kombinationsmöglichkeiten abgedeckt werden können.

### Beispiel 1

100 t einer Maische, die durch alkoholische Gärung unter Verwendung von Weizen als Rohstoff entstanden ist und die neben 8,5 Gew.-% Ethanol noch 0,01% Acetaldehyd und 0,04% Fuselöle (hauptsächlich Amylalkohol) enthält, werden stündlich mit einer Temperatur von 32°C durch den Wärmeaustauscher (2) geschickt, wo sie im Gegenstrom zum Sumpfprodukt der Rektifizierkolonne (4), die bei 0,45 MPa Sumpfdruck betrieben wird, auf 135°C vorgewärmt werden und dann auf den 18. von 60 Böden der Rektifizierkolonne eingespeist werden.

Der Umlaufverdampfer (5) der Rektifizierkolonne (4) wird stündlich mit 15,3 t Dampf (satt 0,8 MPa, 170°C) beaufschlagt, also 1,8 t Dampf/t Ethanol.

Durch Leitung (7) werden vom 50. Boden stündlich 28,8 t Dämpfe abgezogen mit 90 Gew.-% Ethanol, 9 Gew.-% Wasser, 0,1% Acetaldehyd, 1 Gew.-% Cyclohexan und dem Umlaufverdampfer (8) zugeführt. Dort kondensieren 25,9 t Dämpfe /h, von dem Kondensat werden über Leitung (19) 12,4 t/h als Speisung auf den 40. von 60 Böden der Entwässerungskolonne (9) gegeben, 13,5 t/h gehen auf über Leitung (12) den Dämpfeabzugsboden der Rektifizierkolonne (4) zurück und 2,9 t/h werden dampfförmig über Leitung (10) auf den nächsten Boden oberhalb des Dämpfeabzugsbodens der Rektifizierkolonne (4) geleitet.

Vom 23. Boden der Rektifizierkolonne (4) werden stündlich 0,6 t Flüssigkeit über Leitung (13) zum Extraktionsdekanteur (15) gefahren, im Gegenstrom dazu über Leitung (16) 0,1 t/h Cyclohexan. Am Kopf werden 170 kg/h mit der Zusammensetzung 57,6 Gew.-% Cyclohexan, 19,6 Gew.-% Fuselöle, 21,3 Gew.-% Ethanol und 1,5 Gew.-% Wasser abgezogen. Auf Ethanol und Fuselöl bezogen, enthält dies Gemisch 3,7 Gew.-% Wasser.

Vom Dekanteur (23) werden über Leitung (24) stündlich 5,3 t wäßrige Phase auf den 20. Boden der Rektifizierkolonne (4) mit folgender Zusammensetzung gefahren: 2,2 Gew.-% Wasser, 53 Gew.-% Ethanol, 0,5 Gew.-% Acetaldehyd und 24 Gew.-% Cyclohexan.

Die vom Kopf der Kolonne (4) abgezogenen Dämpfe werden im Kondensator (25) verflüssigt und im Dekanteur (26) in 2 Schichten getrennt. Von der oberen Schicht werden 0,3 t/h mit einer Zusammensetzung von 78% Cyclohexan, 12% Ethanol, 4% Acetaldehyd, 2% Wasser und 4% Kohlenwasserstoffe über Leitung (27) abgezogen. Bezogen auf die Summe Ethanol und Ace-

taldehyd beträgt der Wassergehalt 12,5%. Die untere Schicht und der Rest der oberen Schicht werden aus dem Dekanteur (26) als Rücklauf auf die Kolonne (4) gefahren.

5 Insgesamt fallen damit die Nebenprodukte aus der Gärung in Mischung mit Ethanol und Kohlenwasserstoffen in einer Gesamtmenge von 470 kg pro h an mit einem Gesamtwassergehalt von 8,5 kg.

Vom Sumpf der Entwässerungskolonne (9) werden 10 8450 kg entwässerten Ethanol mit einem Wassergehalt von unter 0,1 Gew.-% abgezogen. Die stündlich zu ersetzen Cyclohexanmenge beträgt 330 kg. Um die Nebenproduktmischung von 470 kg/h auf einen Wassergehalt unter 0,5 Gew.-% abzumischen, ist der Zusatz von 15 maximal 1450 kg erforderlich, so daß bei Bedarf maximal 7 t/h Ethanol für andere Zwecke als Treibstoffzusatz verfügbar sind.

### Beispiel 2

20 100 t einer Maische, die aus dem Abtrieb von Sulfitalauge erhalten wurde und neben 8,5 Gew.-% Ethanol noch 2 Gew.-% Methanol, 0,5 Gew.-% Acetaldehyd und 0,01% Fuselöle enthält, werden stündlich mit einer Temperatur von 60°C durch den Wärmeaustauscher (2) geschickt, wo sie im Gegenstrom zum Sumpfprodukt der Rektifizierkolonne (4), die bei 0,5 MPa Sumpfdruck betrieben wird, auf 140°C vorgewärmt werden und dann auf den 16. von 60 Böden der Rektifizierkolonne eingespeist werden. Der Umlaufverdampfer (5) der Rektifizierkolonne (4) wird stündlich mit 15,3 t Dampf (satt 0,8 bar MPa, 170°C) beaufschlagt, also 1,8 t Dampf/t Ethanol.

Durch Leitung (7) werden vom 50. Boden stündlich 35 28,0 t Dämpfe abgezogen mit 78 Gew.-% Ethanol, 10,5 Gew.-% Methanol, 2,5 Gew.-% Acetaldehyd, 9 Gew.-% Wasser und dem Umlaufverdampfer (8) zugeführt. Dort kondensieren 24 t Dämpfe/h, von dem Kondensat werden 13 t/h als Speisung auf den 50. von 60 Böden der 40. Entwässerungskolonne (9) gegeben, 11 t/h Kondensat gehen auf den Dämpfeabzugsboden der Rektifizierkolonne zurück. 4 t/h der Dämpfe mit 62 Gew.-% Methanol, 17 Gew.-% Acetaldehyd, 14 Gew.-% Ethanol, 7 Gew.-% Wasser werden im Umlaufverdampfer (8) 45 nicht kondensiert und gelangen dampfförmig durch Leitung (10) auf den Boden oberhalb des Dämpfeabzugsbodens der Rektifizierkolonne (4).

Aus dem Dekanteur (26) werden an organischer Phase stündlich 15 t abgezogen mit folgender Zusammensetzung: 40 Gew.-% Heptan, 40 Gew.-% Methanol, 10 Gew.-% Acetaldehyd, 9,2 Gew.-% Ethanol, 0,8 Gew.-% Wasser. Auf die Inhaltsstoffe der Maische-Ethanol, Methan und Acetaldehyd bezogen sind in dieser Mischung 1,4 Gew.-% Wasser. Die 40 Gew.-% Heptan machen 2 t n-Heptan/h aus, die laufend über Leitung (20) 55 ersetzt werden müssen.

Vom 23. Boden der Rektifizierkolonne werden stündlich 0,12 t Flüssigkeit zum Extraktionsdekanteur (15) gegeben, in dem sich ohne Fremdstoffzugabe zwei Phasen bilden. Die wäßrige Phase wird über Leitung (18) 60 dem 20. Boden der Rektifizierkolonne (4) zugeführt.

Als organische Schicht fallen stündlich 14 kg an mit 71 Gew.-% Fuselölen, 15 Gew.-% Ethanol, 14 Gew.-% Wasser.

65 Genau wie der Abzug an organischer Phase aus dem Dekanteur (26) der Rektifizierkolonne (4) wird dieser Abzug in die Mischung zum Kraftstoffethanol gegeben. Gesamtwassergehalt der Abzüge: 40 kg + 2 kg =

42 kg. Wenn die Kraftstoffzumischung nicht mehr als 0,5 Gew.-% Wasser auf die Summe von Ethanol, Methanol und Acetaldehyd bezogen enthalten soll, ist nahezu die gesamte Erzeugung für den Kraftstoffzusatz zweckgebunden. Das heißt, in diesen besonderen Fall mit dem extrem hohen Methanolgehalt im Rohprodukt muß der gesamte Anfall an wasserfreiem Ethanol aus dem Sumpf (19) der Entwässerungskolonnen (9) dem Kraftstoff zugeschlagen werden.

Die Rückführung an wäßriger Phase (24) des inneren Dekanteurs (23) der Entwässerungskolonnen (9) beträgt stündlich 10,2 t mit 66 Gew.-% Ethanol, 16,9% n-Hexan, 14,7 Gew.-% Wasser, 2,4 Gew.-% Methanol.

### Beispiel 3

Es werden wie in Beispiel 2 100 t/h einer Maische, die aus dem Abtrieb einer vergorenen Sulfitablauge erhalten wurde, unter den dort genannten Bedingungen in die Rektifizierkolonne (4) gefahren. Abweichend zu Beispiel 2 werden 10 t/h eines Benzinschnittes mit dem Siedebereich 80 – 200°C mit in Leitung (11) eingespeist. Der Überschuß wird kontinuierlich aus dem Sumpf der Entwässerungskolonnen (9) zusammen mit dem entwässerten Ethanol über Leitung (19) abgezogen. Durch diese Fahrweise wird ein besonders wasserarmes Ethanol erzeugt mit 0,05% Wasser. Im übrigen sind diese Bedingungen wie im Beispiel 2 angegeben.

### Beispiel 4

100 t einer Maische, die durch alkoholische Gärung unter Verwendung von Kartoffeln als Rohstoff entstanden ist und die neben 8,5 Gew.-% Ethanol noch 0,1 Gew.-% Methanol, 0,01% Acetaldehyd und 0,05% Fuselöle (hauptsächlich Amylalkohol) enthält, werden stündlich mit einer Temperatur von 32°C durch den Wärmeaustauscher (2) geschickt, wo sie im Gegenstrom zum Sumpfprodukt der Rektifizierkolonne (4), die bei 0,45 MPa Sumpfdruck betrieben wird, auf 135°C vorgewärmten und dann auf den 18. von 60 Böden der Rektifizierkolonne eingespeist werden.

Der Umlaufverdampfer (5) der Rektifizierkolonne (4) wird stündlich mit 15,3 t Dampf (satt 0,8 MPa, 170°C) beaufschlagt, also 1,8 t Dampf pro t Ethanol.

Durch Leitung (7) werden vom 50. Boden stündlich 28,5 t Dämpfe abgezogen mit 88,5 Gew.-% Ethanol, 9 Gew.-% Wasser, 0,5 Gew.-% Methanol, 2 Gew.-% Benzin und dem Umlaufverdampfer (8) zugeführt. Dort kondensieren 25,5 t Dämpfe/h, von dem Kondensat werden 12,4 t als Speisung auf den 50. von 60 Böden der Entwässerungskolonnen (9) gegeben, 13,1 t Kondensat/h gehen auf den Dämpfeabzugsboden der Rektifizierkolonne (4) zurück. 3,0 t/h der Dämpfe mit 4 Gew.-% Methanol, 86 Gew.-% Ethanol, 8 Gew.-% Wasser, 2 Gew.-% Benzin werden im Umlaufverdampfer (8) nicht kondensiert und gelangen dampfförmig durch Leitung (10) auf den Boden oberhalb des Dämpfeabzugsbodens der Rektifizierkolonne (4).

Aus dem Dekanteur (26) werden an organischer Phase stündlich 2,5 t abgezogen mit folgender Zusammensetzung: 80 Gew.-% Benzin, 15 Gew.-% Ethanol, 4 Gew.-% Methanol, 1 Gew.-% Wasser, 0,3 Gew.-% Acetaldehyd.

Auf die Summe Ethanol, Methanol und Acetaldehyd bezogen sind in dieser Mischung ca. 5% Wasser. Der Benzinanteil macht 2 t Benzin (Siedefraktion 80 – 200°C) aus, der laufend über Leitung (20) oder Leitung

(11) ersetzt werden muß.

Vom 23. Boden der Rektifizierkolonne werden stündlich 0,6 t Flüssigkeit zum Extraktionsdekanteur (15) gegeben, der stündlich mit 0,1 t Benzin beaufschlagt wird. Die wäßrige Phase wird über Leitung (18) dem 20. Boden der Rektifizierkolonne (4) zugeführt. Als organische Schicht fallen stündlich etwa 170 kg an mit 60 Gew.-% Benzin, 29 Gew.-% Fuselölen, 6 Gew.-% Ethanol und 6 Gew.-% Wasser.

Auf die Summe Ethanol und Fuselöl bezogen enthält dieser Abzug 17% Wasser. Genau wie der Abzug an organischer Phase aus dem Dekanteur (26) der Rektifizierkolonne (4) wird dieser Abzug in die Mischung zum Kraftstoff-Ethanol gegeben. Gesamtwaßergehalt der Abzüge: 35 kg/h. Wenn die Kraftstoffmischung nicht mehr als 0,5 Gew.-% Wasser auf Ethanol bezogen enthalten soll, ist die Ethanolherzeugung für den Kraftstoffzusatz nahezu zweckgebunden. Das heißt, in diesem besonderen Fall beim Zusammentreffen der Notwendigkeit des Methanolabzugs mit der Verwendung einer weitgeschnittenen Benzinfraktion als Schleppmittel muß der gesamte Anfall an wasserfreiem Ethanol aus dem Sumpf (19) der Entwässerungskolonnen (9) dem Kraftstoff zugemischt werden.

Auf die Summe Ethanol und Fuselöl bezogen enthält dieser Abzug 17% Wasser. Genau wie der Abzug an organischer Phase aus dem Dekanteur (26) der Rektifizierkolonne (4) wird dieser Abzug in die Mischung zum Kraftstoff-Ethanol gegeben. Gesamtwaßergehalt der Abzüge: 35 kg/h. Wenn die Kraftstoffmischung nicht mehr als 0,5 Gew.-% Wasser auf Ethanol bezogen enthalten soll, ist die Ethanolherzeugung für den Kraftstoffzusatz nahezu zweckgebunden. Das heißt, in diesem besonderen Fall beim Zusammentreffen der Notwendigkeit des Methanolabzugs mit der Verwendung einer weitgeschnittenen Benzinfraktion als Schleppmittel muß der gesamte Anfall an wasserfreiem Ethanol aus dem Sumpf (19) der Entwässerungskolonnen (9) dem Kraftstoff zugemischt werden.

Die Rückführung an wäßriger Phase (24) des inneren Dekanteurs (23) der Entwässerungskolonnen (9) beträgt stündlich 9,12 t mit 60 Gew.-% Ethanol, 24,9% Benzin, 15% Wasser, 0,1% Methanol.

### Patentansprüche

- Destillationsverfahren zur Herstellung von entwässertem Ethanol aus verdünnten wäßrigen Lösungen, erhalten durch alkoholische Gärung aus kohlehydrathaltigen Rohstoffen oder durch Hydratisierung von Ethylen, wobei das entwässerte Ethanol sowohl als Kraftstoffzusatz als auch für andere technische Einsatzgebiete geeignet ist, dadurch gekennzeichnet, daß die Destillation in einem Zweikolonensystem durchgeführt wird, wobei die erste Kolonne zur Rektifizierung unter einem Sumpfdruck von 0,2 bis 0,8 MPa und einer mindestens 6°C höheren Temperatur der Brüden als der Sumpftemperatur der zweiten Kolonne entspricht, betrieben wird, die zweite Kolonne mit einem Kopfdruck von 0,05 bis 0,2 MPa zur Entwässerung ausschließlich mit den Brüden der ersten Kolonne beheizt wird, in der ersten Kolonne die Aufkonzentrierung des verdünnten wäßrigen Ethanol auf eine Ethanolkonzentration von 85 bis 92 Gew.-%, die Abtrennung höher als Ethanol siedender Verunreinigungen oberhalb der Einspeisung des verdünnten Rohalkohols und unterhalb des Brüdenabzugs erfolgt, die Rückgewinnung des Ethanol aus der unteren Schicht des kondensierten Kopfproduktes der zweiten Kolonne, sowie die Abtrennung von niedriger als Ethanol siedenden Verunreinigungen und Schleppmitteln am Kopf der ersten Kolonne erfolgt, in der zweiten Kolonne die Entwässerung mittels Benzinfraktionen mit einem Siedebereich von 80°C bis 200°C oder mit den reinen Komponenten Benzin, Cyclohexan oder Heptan als Schleppmittel unter Abtrennung der wäßrigen Phase als Kopfprodukt erfolgt, der größte Teil oder die Gesamtheit der Brüden aus der ersten Kolonne aus einer Zone oberhalb des Seitenabzuges für höhersiedende Verunreinigungen und mehrere Böden unterhalb des Kopfabzuges in den Aufkocher der zweiten

Kolonne abgezogen und dort zu einem wesentlichen Teil kondensiert werden, wobei der nicht kondensierte Anteil in die erste Kolonne einen Boden oberhalb des Brüdenabzugsbodens zurückgeführt wird, während ein Teil des Kondensates auf die erste Kolonne zum Abzugsboden zurückgeführt wird und der andere Teil auf die zweite Kolonne in den oberen Teil eingespeist wird, die Brüden vom Kopf der ersten Kolonne in einem Kondensator kondensiert werden, ein Teil dieser Brüden als Rückfluß auf den Kopf dieser Kolonne gegeben wird, während der Rest, der niedriger als Ethanol siedende Verunreinigungen und Schleppmittel aus der zweiten Kolonne enthält, abgezogen wird, nach der Kondensation der Kopfdämpfe der zweiten Kolonne nur die entsprechende Menge an Flüssigkeit über eine Trenneinrichtung gefahren wird, um die mit der Speisung in die zweite Kolonne eingebrachte Wassermenge ausschleusen zu können, während weiteres Kondensat direkt als Rücklauf auf die zweite Kolonne gegeben wird und die Rückführung der wäßrigen Phase aus der Trenneinrichtung der zweiten Kolonne oberhalb der Einspeisung des Rohalkohols, aber unterhalb des Seitenabzuges der höher als Ethanol siedenden Verunreinigungen erfolgt, und die Vorwärmung des in die erste Kolonne eingespeisten Rohalkohols auf die Temperatur des Einlaufbodens durch Wärmetausch mit dem aus dem Sumpf dieser Kolonne abgezogenen Wassers erfolgt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Speisung des durch Gärung von kohlehydrathaltigen Rohstoffen oder durch Hydratisierung von Ethylen erhaltenen wäßrigen Rohalkohols in den unteren Bereich der ersten Kolonne auf die Böden 12 bis 20 erfolgt, wobei bei niedrigen Konzentrationen die höheren Böden gewählt werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Seitenabzug der ersten Kolonne, der höher als Ethanol siedende Verunreinigungen enthält, bei Ausbildung von zwei flüssigen Phasen in eine Trenneinrichtung gefahren wird, von dem die obere organische Phase abgezogen und die untere wäßrige Phase einen oder mehrere Böden tiefer in die erste Kolonne zurückgeführt wird.

4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß zur Verminderung des Wassergehaltes eine Extraktion des flüssigen Seitenabzuges der höher als Ethanol siedenden Verunreinigungen mit den im Anspruch 1 als Schleppmittel angegebenen Komponenten erfolgt, wobei nur die organische Phase abgezogen wird, während die wäßrige Phase auf den Abzugsboden oder wenige Böden darunter, jedoch nicht tiefer als auf den Einspeiseboden des Rohalkohols, zurückgeführt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß bei Ausbildung von zwei flüssigen Phasen nach der Kondensation der Kopfdämpfe der ersten Kolonne die wäßrige Phase vollständig in diese zurückgeführt wird, während ein Teil der organischen Phase als Rückfluß auf die erste Kolonne gegeben und ein Teil abgezogen wird.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die zweite Kolonne vorzugsweise bei Atmosphärendruck betrieben wird.

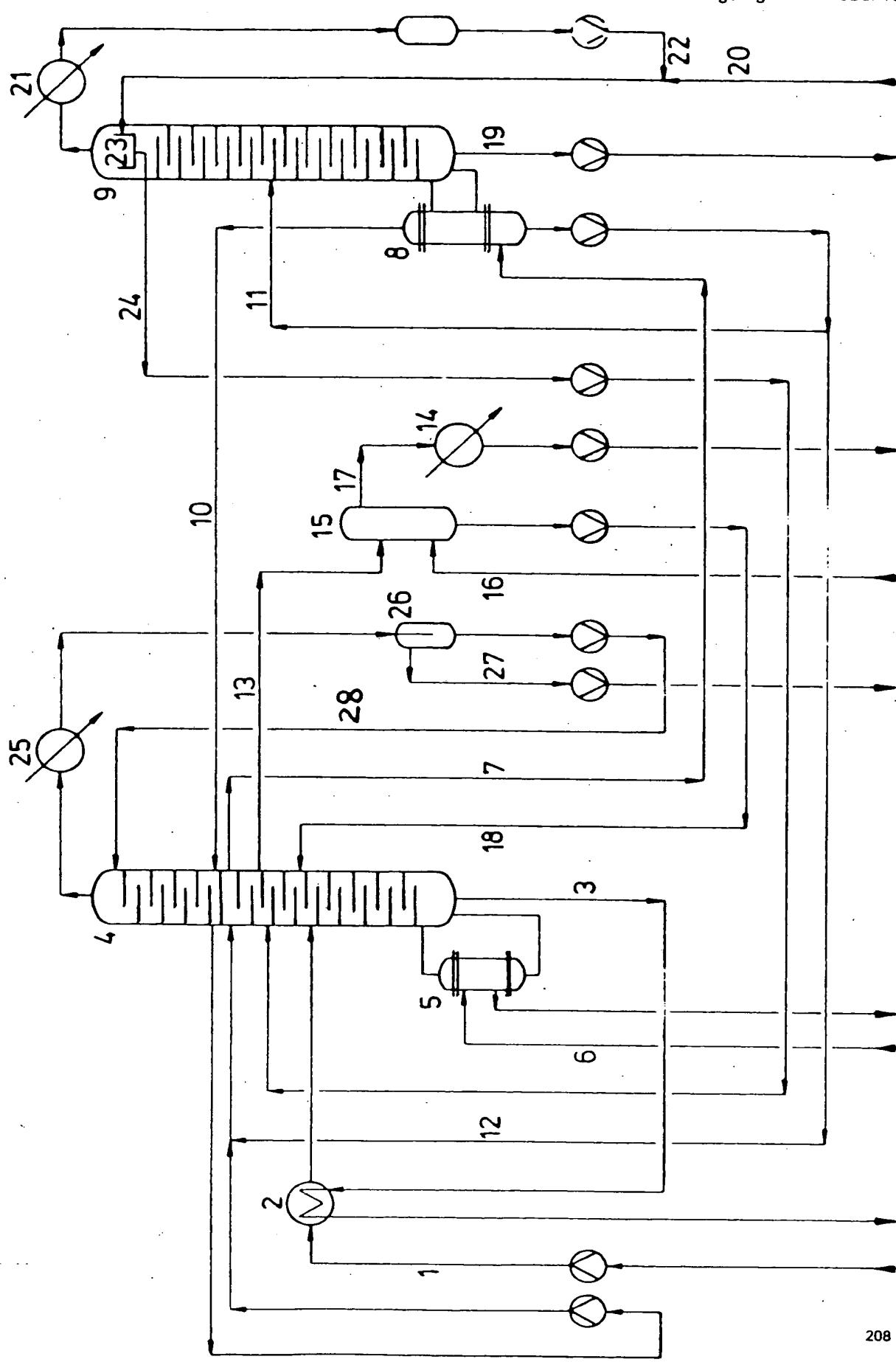
7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß bei Einsatz des Ethanols als Kraft-

stoffzusatz das im Kondensator der ersten Kolonne anfallende Kondensat in Rückfluß für die erste Kolonne und Abzug (für den Kraftstoffzusatz) aufgeteilt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß eine Trenneinrichtung für die zweite Kolonne im Oberteil dieser Kolonne angeordnet ist.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

— Leerseite —



## \* Distillation process for the production of dehydrated ethanol

Patent number: DE3142518

Publication date: 1983-05-05

Inventor: SOMMER AUGUST DIPL CHEM DR (DE); HEITMANN WILHELM DIPL CHEM DR (DE); WOZNÝ NORBERT ING GRAD (DE); BRUECKER RAINER DIPL CHEM DR (DE)

Applicant: HUELS CHEMISCHE WERKE AG (DE)

Classification:

- international: C12F1/08

- european: B01D3/00A4B2; B01D3/14B2

Application number: DE19813142518 19811027

Priority number(s): DE19813142518 19811027

Also published as:

US 4541897 (A1)

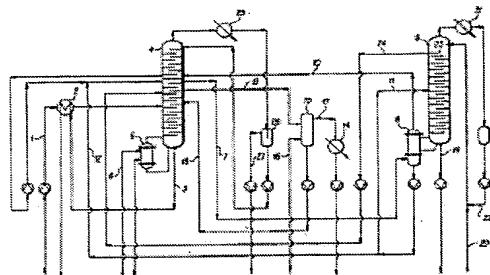
FR2515203 (A1)

[Report a data error here](#)

Abstract not available for DE3142518

Abstract of corresponding document: [US4541897](#)

A distillation process for the production of dehydrated ethanol from dilute aqueous solutions of ethanol characterized in that the distillation is performed in a two-column system wherein the first column-for rectification-is operated under such a pressure that the second column-for dehydration-is heated exclusively with the vapors of the first column; in the first column the concentration of the dilute aqueous ethanol is effected to an ethanol concentration below the composition of the binary ethanol-water azeotrope; the separation of water is effected from the lower layer of the condensed head product of the second column; the separation of impurities and entrainers, having a lower boiling point than ethanol, is effected at the head of the first column and that of impurities, having a higher boiling point, above the feed point of the dilute aqueous solution in the first column; and, in the second column, the dehydration is effected by means of entrainers, with the addition of a fuel component or fuel, to which the ethanol is to be added, if required, while separating the aqueous phase as a head product.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**